

(奥羽大学歯学誌)  
Vol. 45 (1) ; 1-11 2018)

# オパークレジンチタニウムに対する接着挙動に 及ぼすチタニウムの酸化熱処理時間の影響

五十嵐一彰<sup>1,2</sup> 盛植泰輔<sup>1,2</sup> 大木達也<sup>3</sup> 齋藤龍一<sup>3</sup>石田喜紀<sup>3</sup> 岡田英俊<sup>3</sup> 関根秀志<sup>2</sup>

## Influence of Oxidation Heat Treatment Time of Titanium on Adhesion Behavior of Opaque Resin to Titanium

Kazuaki IGARASHI<sup>1,2</sup>, Taisuke MORIUE<sup>1,2</sup>, Tatsuya OHKI<sup>3</sup>, Ryuichi SAITO<sup>3</sup>  
Yoshinori ISHIDA<sup>3</sup>, Hidetoshi OKADA<sup>3</sup> and Hideshi SEKINE<sup>2</sup>

Titanium is known to form a rutile structure in a high temperature atmosphere. In this study, transition of surface roughness of titanium caused by extension of heat oxidation treatment time was investigated to clarify the factors of adhesion between titanium and opaque resin. In addition, we compared shear bonding strengths of titanium and opaque resin, measured titanium detection rate on the opaque resin surface after adhesion breaking, and observed bonding interfaces of the specimens.

The maximum surface roughness (Rz) increased after the rutile transition treatment, and showed a moderately decreasing tendency. It was inferred that the Rz became the maximum at 30-minute because the crystal transition occurred non-uniformly in a short time, the crystal transition rate increased with the extension of the heat oxidation treatment and gradually flattened. There was no significant difference in shear bonding strength between non-treated group and 30-minute heat treatment group, nor between 30-minute and 60-minute groups. However, 90-minute group showed significantly higher than any other group. Energy dispersive X-ray spectroscopy after adhesion breaking showed that the titanium detection rate on the surface of opaque resin in 90-minute treatment group was significantly higher than any other group. Interfacial observation of the specimens revealed adhesive failure due to the polymerization shrinkage of the embedding resin in non-treated group and the for 30-minute group. On the other hand, cohesive failure in the titanium side of 60-minute and 90-minute treatment groups. It was observed at a deeper site in the group treated

受付：平成29年12月15日，受理：平成30年3月23日  
奥羽大学大学院歯学研究科生体材料・医用工学専攻<sup>1</sup>  
奥羽大学歯学部歯科補綴学講座冠橋義歯補綴学分野<sup>2</sup>  
奥羽大学歯学部生体材料学講座歯科理工学分野<sup>3</sup>

Department of Biomaterials and Medical Engineering,  
Ohu University, Graduate School of Dentistry<sup>1</sup>  
Division of Crown Bridge Prosthodontics, Department  
of Prosthodontic Dentistry, Ohu University School of  
Dentistry<sup>2</sup>  
Division of Dental Engineering, Department of  
Biomaterial Science, Ohu University School of  
Dentistry<sup>3</sup>

for a longer period of time.

Key words : rutile, opaque resin, shear bonding strength, energy dispersive X-ray spectroscopy

## 緒 言

バイオマテリアルの進歩や CAD/CAM をはじめとしたデジタル歯学の飛躍的な向上により歯冠補綴から口腔インプラント治療にも適応が拡大しつつある<sup>1-8)</sup>。

インプラント関連材料として主に用いられているチタンは強度や生体適合性の面から優れた金属材料であり<sup>9,10)</sup>、鋳造は困難なものの機械加工によりその賦形性が向上<sup>11)</sup>し、鋳造による偏析<sup>12)</sup>といった問題も解決しつつある。一方、インプラント治療を行った口腔内にはチタン以外の金属が存在する可能性が高く、異種金属を上部構造として使用することも考えられる。そのような場合、異種金属間の電位差に起因するガルバニー電流<sup>13-15)</sup>を生じ、金属修復物や補綴装置の腐食のみならず歯髄症状<sup>16)</sup>、ひいては舌炎<sup>17)</sup>も引き起こすと言われている。上部構造に用いる材料としてメタルフレームにチタンを用いるべきである旨は前述のとおりである。硬度、耐摩耗性および審美性に優れた陶材焼付冠やジルコニアクラウンは、対合歯を摩耗させる<sup>18)</sup>といった弊害が指摘されている。一方、硬質レジン前装冠は適度に軟かく生体との調和性やリペアの面で汎用性が高く有利であると言える<sup>19)</sup>。

増原による酸化熱処理によるチタンのルチル転移に関する報告<sup>20)</sup>から高分子化合物との接着についての研究が発展してきた。吉田<sup>21-24)</sup>、菊池<sup>25)</sup>および嶋倉ら<sup>19)</sup>による酸化熱処理によるチタンとオペークレジンの接着に関する報告や星野により酸化処理条件の違いによる接着挙動が報告されている<sup>26)</sup>。とくに後者では酸化熱処理の延長によるルチル転移層の接着破壊挙動についての予測がなされているが、いまだ検証には至っていない。接着破壊挙動を明らかにすることが出来ればチタンフレームへの硬質レジンの接着や口腔インプラント上部構造を製作するうえでの一助になると考えられる。CAD/CAM により製作したチタンフレー

ムに硬質レジンを接着することが出来れば審美的かつ腐食の生じにくい補綴治療のひとつになり得る。しかしながら、これまでチタンと硬質レジンの接着について行われた研究<sup>19-27)</sup>はチタンの鋳造体を用いたものであった。本研究では CAD/CAM での応用を想定し、チタンブロックにおける酸化熱処理時間の延長によるチタンの表面粗さの変動、硬質レジンとの接着界面での挙動の観察、初期接着におけるせん断接着試験および接着破壊後のオペークレジン側界面<sup>27)</sup>のチタンを定量分析することにより非鋳造チタンとオペークレジンとの接着機構を明らかにすることを目的とした。

## 材料および方法

### 1. 被着材料および築盛材料

実験に用いたチタン材料およびレジン材料の組成を表 1 に示す。チタンには JIS 第 2 種純チタンである歯科用純チタン A (以後チタン) (モリタ 東京) を用いた。築盛する硬質レジン UDMA 系であるソリデックスのオペークレジンおよびボディレジンを、併用した金属接着用プライマーには 6-MHPA を含有するメタルリンク (いずれも松風 京都) をそれぞれ用いた。

### 2. 酸化熱処理と表面粗さの測定

#### 1) チタン基板の調整

チタン基板表面を #600 のシリコンカーバイドペーパーで一方向に研磨し、蒸留水中で 10 分間の超音波洗浄を行った。なお、本研究では酸化熱処理の影響のみを調査するためアルミナサンドブラストをはじめとした各種表面改質法は行わないこととした。

#### 2) チタン基板の酸化条件

調整したチタン基板の酸化条件として加熱温度は吉田<sup>21,23)</sup>や星野の報告<sup>26)</sup>においていずれも用いられている 600℃ を採用した。加熱時間を 30 分、60 分、90 分の 3 条件 (以後 30 min, 60 min, 90 min) として、電気炉 (Lab max 7R, ヨシダ 東京) を用いて加熱処理した。また、酸化熱処理を行わ

表 1 実験に用いた被着材料および接着材料の組成

使用材料	商品名	組成	色調
JIS 2種純チタン	歯科用純チタン A	チタン 99.66% 酸素 0.15% その他 0.19%	
硬質レジン	ソリデックス	UDMA シリカ	オペークレジン A2O ボディレジン A2B
金属接着用プライマー	メタルリンク	アセトン 10-MDDT 6-MHPA	

ないものを対照群（以後 CON）とした。処理後は恒温恒湿室（ $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ ， $50\pm 5\%$ ）にて30分間徐冷した。

### 3) チタン基板の表面粗さの測定

CON を含む各酸化熱処理後のチタンを，表面粗さ測定器（Surfcom590A，東京精密 東京）を用いて最大表面粗さ（以後 Rz），十点平均表面粗さ（以後 Rzjis）および算術平均表面粗さ（以後 Ra）を測定した。

## 3. 接着界面観察およびせん断接着試験

### 1) 接着試料の製作

CON を含む各酸化熱処理後のチタンに対し，岡本の方法に準じた規格<sup>28)</sup>で被着面をマスキングテープで直径6mmに規定し，メタルリンクを塗布した。内径6mm，高さ2mmの亚克力チューブで規定し，オペークレジン塗布しハロゲン系可視光線重合器（SOLIDILITE，松風 京都）にて180秒間重合させた。その後，ボディレジン充填し同重合器にて240秒間重合を行い接着試料とした（図1）。

### 2) 接着試料の接着界面観察

接着試料を菊井らの方法<sup>29)</sup>に準じて冷間樹脂包埋材 No105（丸山ストルアス 東京）を用いて包埋試料とした。硬化後，シリコンカーバイドペーパー #120を用いて包埋試料側面から研削し，チタンと硬質レジンの接着界面を露出させて試料とした。その後，蒸留水中で10分間の超音波洗浄を行い，接着界面を，透過観察型光学顕微鏡（ME-LUX2，協和光学工業 神奈川）を用いて観察した。

### 3) せん断接着強さの測定

各接着試料を37℃の蒸留水中に24時間浸漬した後，万能試験機（MODEL-1310DW，アイコー

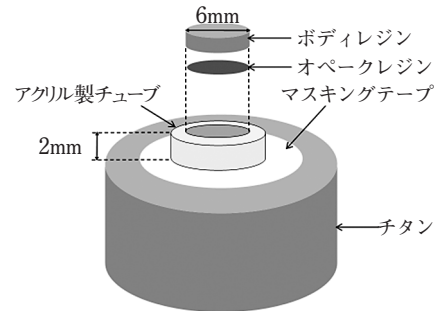


図1 接着試料の製作方法

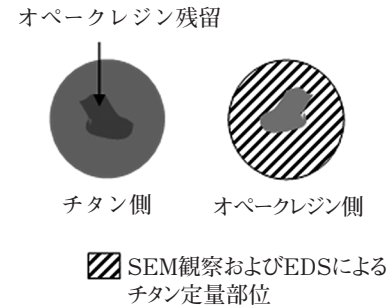


図2 混合破壊時の観察および定量の対象部位

エンジニアリング 大阪）を用いてクロスヘッドスピード1.0mm/minにてせん断接着試験を行った。計測された数値はJIS T 6611<sup>30)</sup>に準じて算出した。

## 4. 接着試験後のオペークレジン側界面のSEM観察とチタンの定量

接着試験後の接着試料のオペークレジン側界面を，走査型電子顕微鏡（TM3030，日立ハイテクノロジーズ 茨城）を用いてSEM観察を行った。同時にエネルギー分散型エックス線分光法（EDS：Quantax70，日立ハイテクノロジーズ）にて接

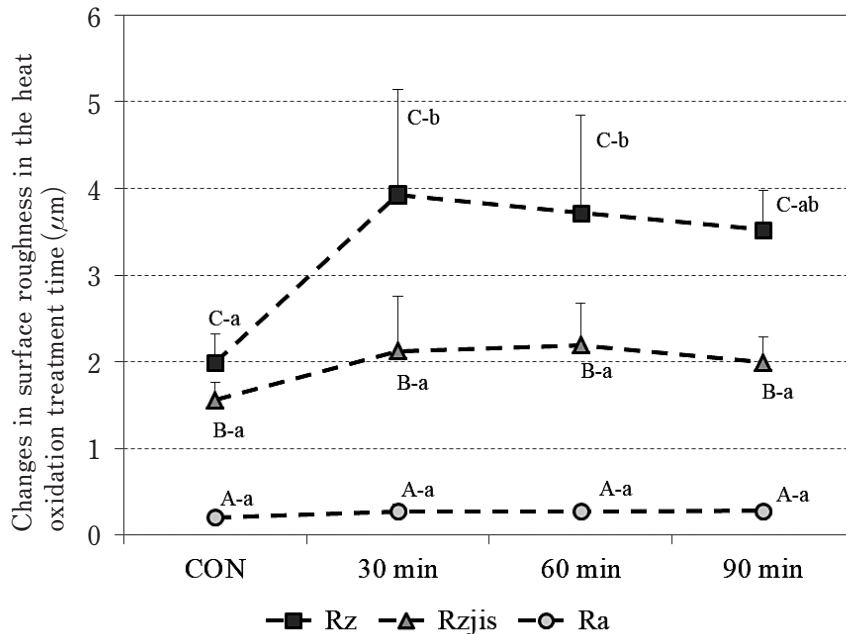


図3 酸化熱処理後の表面粗さの測定結果

(A : Kruskal-Wallis  $p=0.031$ , B : Kruskal-Wallis  $p=0.100$ , C : Kruskal-Wallis  $p=0.003$ , Scheffe  $p<0.05$ , 同一の大文字アルファベットにおいて、同じ小文字アルファベット間に有意差なし、異なる小文字アルファベット間に有意差あり)

合界面に存在が予測される [Ti, C, O および Si] の4元素について定量し atomic % として検出率を計算した。なお、接着破壊時にオペクレジンが部分的に凝集破壊を示す混合破壊の場合もあるため、SEM 観察および定量部位はオペクレジン非破壊部とした (図2)。いずれも加速電圧15.0kV で観察を行った。またチタンの検出率とせん断接着強さとの相関性を調査した。

## 5. 統計処理

酸化熱処理後の表面粗さ値、せん断接着試験および接着試験後のオペクレジン側界面のチタン検出率について正規性を Shapiro-Wilk 検定、等分散性を Bartlett 検定で処理した後、そのデータの性質により Kruskal-Wallis 検定または One-way ANOVA で検定を行った。 $p$  値が有意であった場合は、それぞれ Scheffe の多群比較試験または Tukey's multiple comparison tests を行った。また、せん断接着強さおよびチタン検出率についてあらかじめ Shapiro-Wilk 検定にて正

規性の検定を行った後、Spearman's correlation test によって相関性検定した。なお、いずれも有意水準を  $\alpha=0.05$  とした。

## 結 果

### 1. 酸化熱処理後の表面粗さの測定

CON を含む酸化熱処理後の表面粗さの測定結果を図3に示す。Shapiro-Wilk 検定においてデータはいずれも正規性を示した ( $p \geq 0.05$ ) が、Bartlett 検定にて分散に有意差を認めた ( $p < 0.05$ ) ため Kruskal-Wallis 検定および Scheffe の多群比較試験を用いて解析した。Rz では30 min で急激に増加し CON とのみ有意差を認めた。60 min でも CON と比較し有意に大きい値であったが、30 min および90 min との比較では有意差を認めなかった。90 min はいずれの実験群とも有意差を認めなかった。Rzjis および Ra ではいずれの実験群でも有意差が無く、計測値の変動は認められなかった。

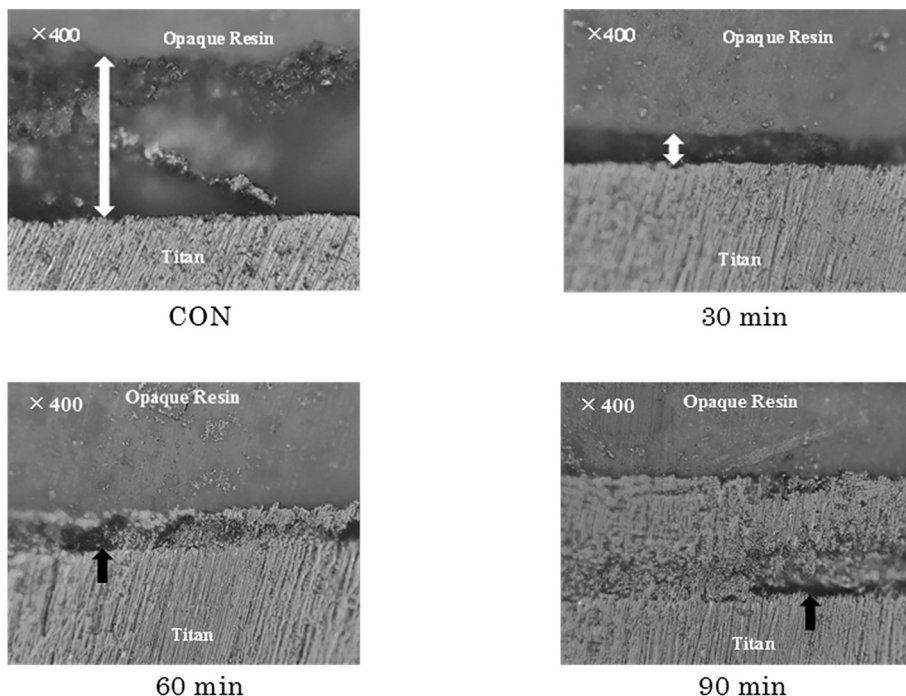


図4 酸化熱処理条件における界面観察用試料の観察像  
(白色の両矢印が界面破壊の幅, 黒色の片矢印がチタン側での凝集破壊)

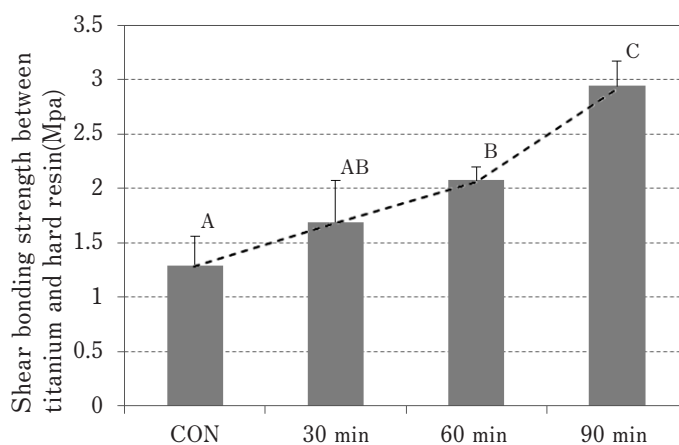


図5 酸化熱処理後のチタンとオパークレジンとのせん断接着強さ  
(Tukey  $p < 0.05$ , 同じ大文字アルファベット間に有意差なし, 異なる大文字アルファベット間に有意差あり)

## 2. 接着試料の接着界面観察

各条件における接着試料縦断面の SEM 像を図4に示す。CON および30 min では包埋樹脂の重合収縮によると思われる界面破壊像が観られた。

60 min と90 min では接着界面の破壊像を認めず、いずれも包埋樹脂の重合収縮によるとみられるチタン基板側での凝集破壊が観察された。また、90 min ではより深層での凝集破壊を認めた。



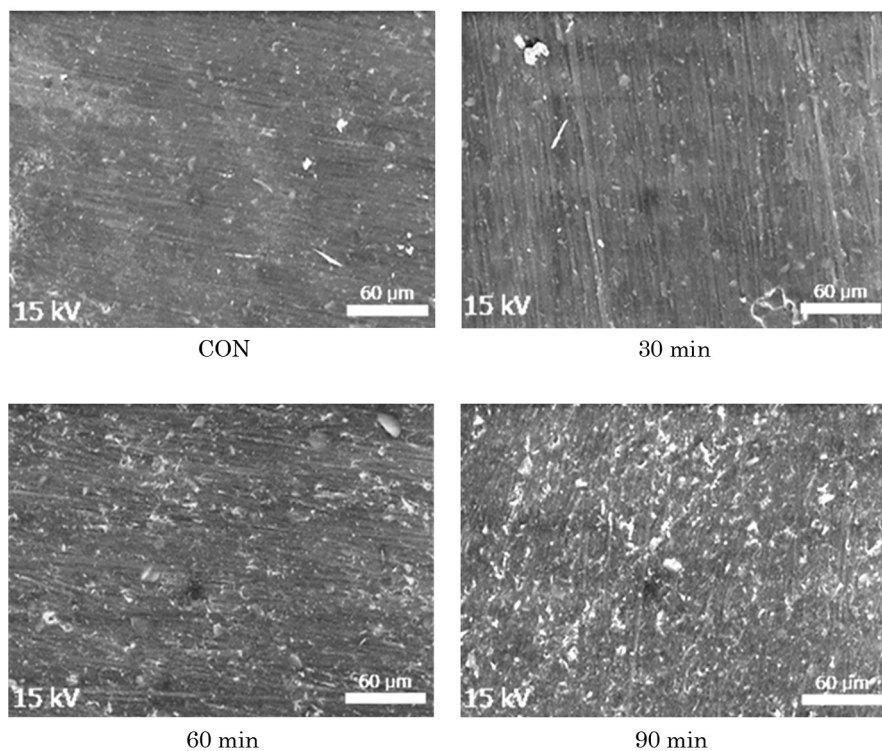


図6 せん断接着試験後のオパークレジン表面のSEM像

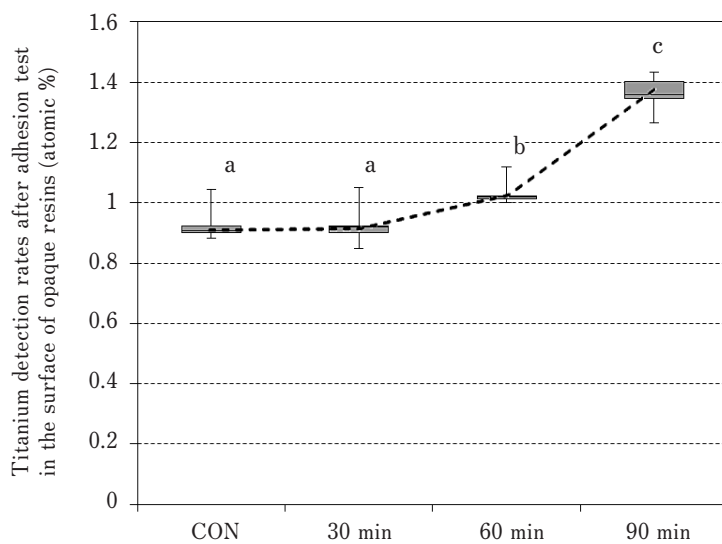


図7 せん断接着試験後のオパークレジン表面におけるチタン検出率の変動  
(Tukey  $p < 0.05$ , 同じ小文字アルファベット間に有意差なし, 異なる小文字アルファベット間に有意差あり)

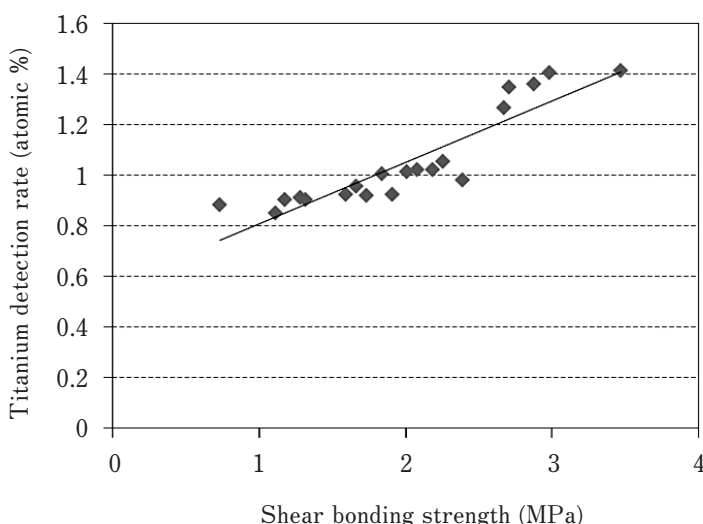


図8 セン断接着強さとオパークレジン側のチタン検出率の相関性

### 3. 各酸化熱処理条件におけるせん断接着強さ

各酸化処理後のチタンとオパークレジンのせん断接着強さを図5に示す。Shapiro-Wilk 検定においてデータはいずれも正規性を示し ( $p \geq 0.05$ ), Bartlett 検定において分散に有意差を認めなかった ( $p=0.255$ ) ため, One-way ANOVA を用いて検定した。F 値および  $p$  値が有意 ( $F=18.943, p=0.000$ ) であったため, Tukey's multiple comparison tests を行った。CON では接着強さは  $1.290 \pm 0.272 \text{ MPa}$ , 30 min では  $1.692 \pm 0.383 \text{ MPa}$  となるが両群に有意差は認められなかった。60 min では  $2.074 \pm 0.119 \text{ MPa}$  で 30 min との有意差は示されないが, CON と比較すると有意に高い接着強さであった。さらに, 90 min では  $2.941 \pm 0.227 \text{ MPa}$  となり, 他の実験群と比較して有意に高い接着強さを示した。

### 4. 接着試験後のオパークレジン側界面の SEM 観察とチタンの定量

接着試験後のオパークレジン側界面の SEM 像を図6に示す。Shapiro-Wilk 検定においてデータはいずれも正規性を示し ( $p \geq 0.05$ ), Bartlett 検定において分散に有意差を認めなかった ( $p=0.207$ ) ため, One-way ANOVA を用いて検定した。F 値および  $p$  値が有意 ( $F=120.862, p=0.000$ )

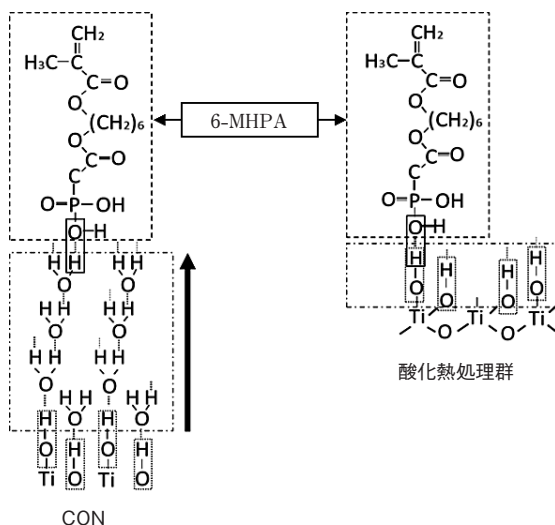


図9 チタン表面酸化膜, 吸着水層ならびに6-MHPAとの接着モデル

であったため, Tukey's multiple comparison tests を行った。CON および 30 min では目立った変化は認められなかった。60 min になると粒状構造物を認め, 90 min では比較的大きな構造物が認められた。また, チタンの検出率の変化を図7に示す。CON と 30 min での検出率の差に有意性は示されないが, 60 min になると有意に大きくな

り、90 min ではさらに有意に高い検出値が示された。

#### 5. セン断接着強さとオペークレジン側界面のチタン検出率の相関性

Shapiro-Wilk 検定においてセン断接着強さは正規性を示した ( $p=0.965$ ) がチタンの検出率が非正規性を示した ( $p=0.001$ ) ため、セン断接着強さとオペークレジン側のチタン検出率について Spearman's correlation test にて相関性検定を行ったところ両者には正の相関 ( $R_s=0.889$ ,  $p=0.000$ ) を認めた (図8)。

### 考 察

#### 1. 酸化熱処理後の表面粗さについて

酸化熱処理により最初はルチル転移が不均一に生じ始めたため30 min での表面粗さ急増したものと考えられ、処理時間の延長により経時的にルチル転移率が上昇して  $R_z$  が緩やかに減少すると推察された。一方、 $R_{zjs}$  および  $R_a$  は変動を認められない。 $R_a$  に関しては星野の報告<sup>26)</sup>と同様であり、十点平均表面粗さである  $R_{zjs}$  は  $R_a$  および  $R_z$  のほぼ中間程度の値である。 $R_z$  の増減に影響を受けながら微増する傾向にあり、この結果は吉田らの報告<sup>21)</sup>と一致するもので、妥当であると考えられた。

以上より、酸化熱処理によるルチル転移は  $R_z$  の変動に影響を及ぼすことが示唆された。

#### 2. 接着試料の接着界面について

CON と30 min では包埋樹脂の重合収縮による界面破壊を呈しているが、その間隙の幅が CON では大きかった。菊井ら<sup>29)</sup>はレジン添加型ガラスアイオノマーセメントの金属接着性に関する研究でアルミナサンドブラスト処理を行ったチタンは酸化熱処理を行ったチタンより界面破壊間隙が大きいことを報告している。つまり、機械的な投錨効果による接着よりもルチル転移による化学的親和性の向上が接着に対して有利に働くことを意味している。今回の実験でもルチル転移による高分子化合物との親和性上昇により重合収縮応力に抵抗した結果、30 min では間隙が小さくなったと考えられた。また、60 min および90 min では接着界面は剥離することなく保存されているが、チ

タン側接着面での凝集破壊が認められた。これは吸着水層<sup>23)</sup>が除去され、接着界面の強さがルチル転移層の強さを上回った結果と考えられた。図9にチタン表面の酸化膜、吸着水層ならびに6-MHPA との接着モデルを示す。吸着水層は外側 (矢印方向) ほど吸着エネルギーが弱く、プライマーはこの吸着水最外層と結合する。つまり、酸化被膜とプライマーとの間には水分が介在しているが、熱処理により吸着水層はエネルギー順位の低い外側から順次脱離するとともに安定相であるルチル型に転移し再水和を防止する。なおかつ、表面には配位不飽和なチタンイオンが存在し、水分は近位の酸素と水素結合し吸着エネルギーの高い表層部のみ水酸基が生成されると言われている<sup>31)</sup>。6-MHPA や MDP といったリン酸基を含む機能性モノマーは金属酸化物表面の水酸基と水素結合し、またオペークレジンのメタクリロイルオキシ基とラジカル重合し接着することが知られており<sup>32)</sup>酸化熱処理時間の延長により6-MHPA と酸化被膜表面の水酸基との水素結合が顕著に増加したと考えられた。本研究において、吸着水層の除去が不十分であると思われる30 min では界面破壊を生じずにチタン側での凝集破壊を示しており、このことから吸着水の除去は60分の熱処理で完了していると推察された。90 min においてチタン側のより深層での破壊を認めた理由として、ルチル転移層が酸化熱処理の延長により深さ方向へ生長するとともに、表層は焼結により緻密化して結晶性が向上<sup>26)</sup>し機械的性質が高まることにより結晶性の低い脆弱な深層で接着破壊が生じたと考えられた。

#### 3. 酸化熱処理の各条件におけるセン断接着強さおよび接着破壊後のオペークレジン側界面の様相とチタンの検出率について

接着には被着体表面への接着材のぬれ性が重要なファクターのひとつとして挙げられる。ぬれ性は接触角や表面張力といったパラメータで代表され、良好なぬれはミクロな界面での接着面積の増大になり、良好な接着が得られる<sup>33)</sup>。酸化被膜の存在は接触角の低下に寄与しぬれ性を向上させる<sup>34)</sup>が、特にチタンは大気中で瞬時に酸化被膜を形成



するため、基本的な接着ポテンシャルの高い金属と言える。実際に、吉田の報告によるとチタンに対する金属プライマーの接触角は処理条件や金属プライマーの種類を問わず $0^\circ$ を示しており<sup>21)</sup>、処理条件に関わらずWenzelの理論<sup>35)</sup>が適用されたと考えられた。前述の接着界面の観察を含めて考察すると、CONと30 minではそれぞれ吸着水層が存在し、もしくは除去が不十分であり、いずれもせん断応力によって界面破壊を生じ接着強さが同等であったと考えられた。そのため、接着破壊後のオペークレジン側界面のチタン検出率にも有意な変動が示されないと推察された。60 minでは吸着水層が除去されチタン側で凝集破壊を起こすもののルチル転移層の生長および緻密化が不十分であったためオペークレジン側のルチル由来のチタン検出率は増加するが30 minと比べて接着強さの有意な上昇は示されないと考えられた。しかしながら、90 minではルチル転移層の生長および緻密化がより深層にまで達していると考えられ、接着強さの大きさはルチル転移層の厚さと結晶性の質に依存していることが示唆された。このことより、接着破壊後のオペークレジン側界面ではさらに高いチタン検出率が示されたと考えられた。一般的に化学的相互作用による接着界面での接着強さは接着材料または被着材料の機械的性質に依存する<sup>33,36,37)</sup>と報告されている。これらの知見はせん断接着強さと接着破壊後のオペークレジン側界面の状態およびチタン検出率との関連性を説明する十分な根拠であると考えられた。

## 結 論

酸化熱処理の延長によるチタンとオペークレジン接着について表面粗さ、接着界面の観察、せん断接着試験および接着試験後のオペークレジン側界面のSEMによる構造観察とエネルギー分散型エックス線分光法による[Ti, C, O, Si]の元素定量を行い、接着界面の様相について検討した結果、以下の結論を得た。

1. 酸化熱処理によるルチル転移はチタンの最大表面粗さを増加させた。

2. チタン表面の吸着水層の除去は60分間の加熱処理で完了し、表面の水酸基は飽和状態とな

ることが示唆された。

3. 酸化熱処理の延長に伴い、ルチル転移の表面が焼結することで表面の機械的性質が向上するが、脆弱なルチル層の厚みも増加するため層内破壊が深部で生じるようになることが示唆された。

以上を踏まえたうえで各種表面改質法や、より好ましい接着システムを選択することによりチタンフレーム硬質レジン前装冠を応用したインプラント上部構造を製作することが可能になると考えられた。

## 謝 辞

本研究の遂行にあたり、ご協力いただきました奥羽大学 歯科補綴学講座冠橋義歯補綴学教室員の先生方ならびに同 附属病院の歯科衛生士、歯科技工士の皆様に感謝いたします。

本論文の一部は第64回奥羽大学歯学会（平成29年11月 郡山市）において、要旨は一般社団法人 日本接着歯学会 第36回学術大会（平成29年11月 江戸川区）において発表した。

本研究において開示すべきCOI関係にある企業等はない。

## 文 献

- 1) 正田一洋，舞田健夫，川上智史，遠藤一彦，大野弘機，伊藤修一，斎藤隆史：CAD/CAM用ハイブリッドレジンプロックに対する接着性レジンセメントの接着効果。接着歯学 26；124-128 2008.
- 2) 正田一洋：歯科医療を変える CAD/CAM時代の到来 臨床医の立場から 保険導入された CAD/CAM冠と歯科医院経営。DENT DIAMOND 39；41-45 2014.
- 3) 正田一洋，舞田健夫，川上智史，池田和博：平成26年度診療報酬改定で先進医療から保険に導入された2つの技術について 歯科用CAD/CAMを用いたハイブリッドレジンによる冠歯補綴。歯科評論 74；113-122 2014.
- 4) 高橋耕一，舞田健夫，神野由貴，正田一洋，梅安秀樹，安彦善裕：インプラント体周囲の顎骨変化に関するデジタルサブトラクション法によるエックス線学的定量分析 一次手術から二次手術までの骨レベルの変化について。日口腔インプラント会誌 27；360-369 2014.
- 5) 新谷明一，三浦貴子，小泉寛恭，正田一洋，峯篤史：CAD/CAM冠の現状と将来展望。日補綴会誌 9；1-15 2017.

- 6) 清水沙久良, 黒田聡一, 新谷明宏, 八田みのり, 松岡幹彦, 伊藤隆文, 新谷明一: 切削加工による「ワックス CAD/CAM テクニック」の臨床応用修復装置製作技術における新しいデジタルとアナログの融合. 補綴臨床 **47**; 596-605 2014.
- 7) 清水沙久良, 新谷明一, 黒田聡一, 新谷明喜: 口腔内および技工用スキャナーを用いた CAD/CAM セラミッククラウンの加工精度. 日歯産会誌 **30**; 5-13 2016.
- 8) 清水沙久良, 新谷明一, 新谷明喜: 口腔内スキャナー, 3D プリンター, CAD/CAM を応用したジルコニアクラウンに対するデジタル補綴治療の開発. 日歯産会誌 **30**; 14-20 2016.
- 9) 板倉良暢: 骨原性細胞株 MC3T3-E1 によるインプラント材料の生体親和性に関する研究. 日補綴会誌 **31**; 21-29 1987.
- 10) 黒川正人, 桑原秀行, 堤 定美, 西村善彦, 大橋建夫: 超高純度チタンの生体応用に向けての検討(第1報)生体内埋入による変性と病理学的検討. 生体材料 **16**; 260-265 1998.
- 11) 伴 清治: 臨床家のための CAD/CAM マテリアルの基礎知識(中編)金属系 CAD/CAM マテリアルの基礎知識. 補綴臨床 **49**; 209-221 2016.
- 12) Watanabe, K., Okawa, S., Kanatani, M., Nakano, S., Miyakawa, O. and Kobayashi, M.: Possible segregation caused by centrifugal titanium casting. Dent. Mater. J. **15**; 212-219 1996.
- 13) 桜井保子: ガルバニー電流の発生機構に関する新しい考察. 日歯保存誌 **27**; 20-36 1984.
- 14) 吉田高稔: ガルバニー電流発生機構の解明. 日歯保存誌 **28**; 492-508 1985.
- 15) 橋本明彦, 草刈 玄, 木暮城二, 小林康子, 佐々木太朗: 純チタン鑄造体の異種合金接触時におけるイオン化の可能性. 日補綴会誌 **44**; 198-207 2000.
- 16) 楠 雅博: 歯髄内を流れるガルバニー電流について. 日歯保存誌 **25**; 650-657 1982.
- 17) 藤原裕美, 青木正則, 川口和幸, 工田昌也, 平川勝洋, 原田康夫: ガルバニー電流によると思われる舌炎症例. 耳鼻臨床 **84**; 1267-1272 1991.
- 18) Hara, M., Takuma, Y., Sato, T., Koyama, T. and Yoshinari, M.: Wear performance of bovine tooth enamel against translucent tetragonal zirconia polycrystals after different surface treatments. Dent. Mater. J. **33**; 811-817 2014.
- 19) 嶋倉道郎, 吉田展也, 菊池利也: チタンのノンリテンション法による硬質レジン前装冠への応用. 日補綴会誌 **42**; 567-573 1998.
- 20) 増原英一: 歯科接着性レジンの基礎と臨床〔上巻〕. QE 55-68 1982.
- 21) 吉田展也, 竹内 操, 菊池利也, 嶋倉道郎: 純チタンによるノンリテンション法硬質レジン前装冠の臨床応用に関する基礎的研究 処理条件の違いによるチタン表面の濡れ性について. 日補綴会誌 **40**; 266-275 1996.
- 22) 吉田展也, 嶋倉道郎: 純チタンを用いたノンリテンション法による硬質レジン前装冠製作への応用 チタン表面の濡れ性についての考察. 歯科技工 **25**; 1135-1141 1997.
- 23) 吉田展也: 純チタンによるノンリテンション法硬質レジン前装冠の臨床応用に関する基礎的研究 純チタンと硬質レジンとの接着性について. 奥羽大歯学誌 **24**; 1-20 1997.
- 24) 吉田展也, 嶋倉道郎: ノンリテンション純チタンフレームの硬質レジン前装冠への応用に関する実験的検討 被着面処理の違いによる接着性について. 歯科技工 **25**; 1397-1403 1997.
- 25) 菊池利也, 吉田展也, 嶋倉道郎, 大谷正人, 根本 徹, 横堀雅義: 純チタンのノンリテンション法による硬質レジン前装冠への応用 熱処理時間が接着に及ぼす影響について. 日補綴会誌 **41**; 481-488 1997.
- 26) 星野 匠: チタン鑄造体の加熱処理条件が硬質レジンとの接着耐久性に及ぼす影響. 奥羽大歯学誌 **32**; 145-156 2005.
- 27) 今井博史: チタン合金の表面処理条件が硬質レジンとの接着耐久性に及ぼす影響. 奥羽大歯学誌 **30**; 101-114 2003.
- 28) 岡本 望: 表面処理法とプライマー処理の併用によるジルコニアとハイブリッドセラミックスの接着強さ. 奥羽大歯学誌 **41**; 81-97 2014.
- 29) 菊井徹哉, 岡田英俊, 加藤謙一, 島野偉礎輔, 泉 俊郎, 長山克也: Resin-modified Glass-ionomer Cement の金属接着性について—接着強さに及ぼす酸化熱処理の効果—. 奥羽大歯学誌 **24**; 59-68 1997.
- 30) JIS T 6611 歯科用レジンセメント. 日本規格協会 1-25 2009.
- 31) Egashira, M., Kawasumi, S., Kagawa, S. and Seiyama, T.: Temperature programmed desorption study of water absorbed on metal-oxides 1. ANATASE AND RUTILE. Bull. Chem. Soc. J. **51**; 3144-3149 1978.
- 32) Arai, M., Takagaki, T., Takahashi, A. and Tagami, J.: The role of functional phosphoric acid ester monomers in the surface treatment of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. Dent. Mater. J. **36**; 190-194 2017.
- 33) 宮坂 平: 3 材料の性質 F 表面の性質. スタンダード歯科理工学(中嶋 裕, 西山典宏, 宮崎隆, 米山隆之編)第6版; 46-51 学建書院 東京 2016.
- 34) 福村勉郎: 高分子工学講座 9 接着と積層. 金属の接着(高分子学会編) 2 版; 160-182 地人書館 東京 1969.
- 35) 鈴木慎也, 菊池 章: 表面粗さと濡れ性に関する

- る研究. 東京工業高等専門学校報告書 **40** ; 77-83 2008.
- 36) 五十嵐一彰, 盛植泰輔, 大木達也, 齋藤龍一, 石田喜紀, 岡田英俊, 寺田善博: 仮着用ポリカルボキシレートセメントの粉末粒径が計量誤差および機械的性質に及ぼす影響. 日歯理工誌 **36** ; 261-269 2017.
- 37) 藤井孝政, 吉江 啓, 大河貴久, 伊東優樹, 山村高也, 池内慶介, 田中昌博: プライマーの種類が CAD/CAM 用レジンプロックと接着性レジ

ンセメントとの接着強さに及ぼす影響. 接着歯学 **35** ; 83-88 2017.

著者への連絡先: 五十嵐一彰, (〒963-8611) 郡山市富田町字三角堂31-1 奥羽大学歯学部歯科補綴学講座冠橋義歯補綴学分野

Reprint requests : Kazuaki IGARASHI, Division of Crown Bridge Prosthodontics, Department of Prosthetic Dentistry, Ohu University School of Dentistry 31-1 Misumido, Tomita, Koriyama, 963-8611, Japan